

PUBLICATION NUMBER : 09209056
PUBLICATION DATE : 12-08-97

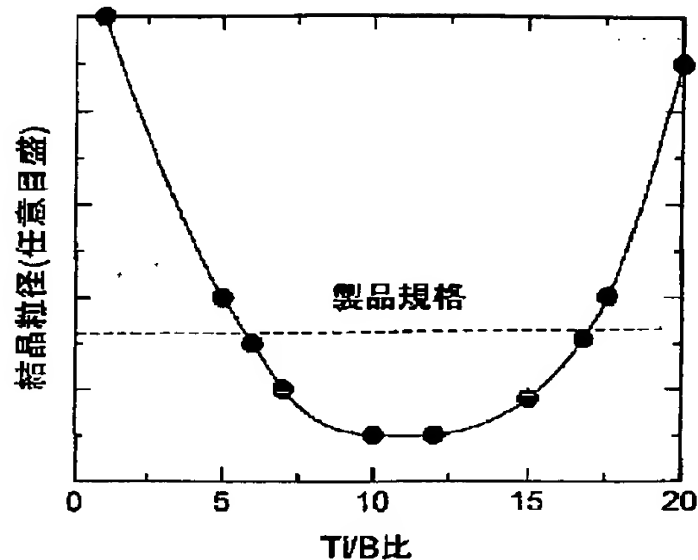
APPLICATION DATE : 02-02-96
APPLICATION NUMBER : 08017920

APPLICANT : KOBE STEEL LTD;

INVENTOR : ITO KOICHI;

INT.CL. : C22C 1/02 B22D 21/04 B22D 27/18
C22C 21/00

TITLE : METHOD FOR REFINING
CRYSTALLINE GRAIN OF
ZIRCONIUM-CONTAINING ALUMINUM
ALLOY



ABSTRACT : PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for refining the crystalline grains of a Zr-contg. Al alloy in which the refining of the crystalline grains has been difficult heretofore by a method of using an Al-Ti-B alloy as a crystalline grain refining agent.

SOLUTION: This is a method for refining the crystalline grains of a Zr-contg. Al or Al alloy, at the time of casting the Zr-contg. Al or Al alloy, by adding an Al-Ti-B alloy to the molten metal, in which the content of Ti in the molten metal is regulated to 30 to 400ppm, and furthermore, the ratio of Ti/B is regulated to 6 to 17. At the time of adding the Al-Ti-B alloy, an Al-Ti alloy may jointly be used. Moreover, the content of Zr in the molten metal of the Al or Al alloy is particularly effective in the case of 0.05 to 1%.

COPYRIGHT: (C)1997,JPO

master alloy
comp

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-209056

(43) 公開日 平成9年(1997)8月12日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 2 C 1/02	5 0 3		C 2 2 C 1/02	5 0 3 J
B 2 2 D 21/04			B 2 2 D 21/04	A
27/18			27/18	A
C 2 2 C 21/00			C 2 2 C 21/00	N

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平8-17920

(22) 出願日 平成8年(1996)2月2日

(71) 出願人 000001199

株式会社神戸製鋼所

兵庫県神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号

(72) 発明者 長尾 元裕

兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5番5号

株式会社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内

(72) 発明者 國井 一孝

兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5番5号

株式会社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内

(72) 発明者 大隅 研治

兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5番5号

株式会社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内

(74) 代理人 弁理士 植木 久一

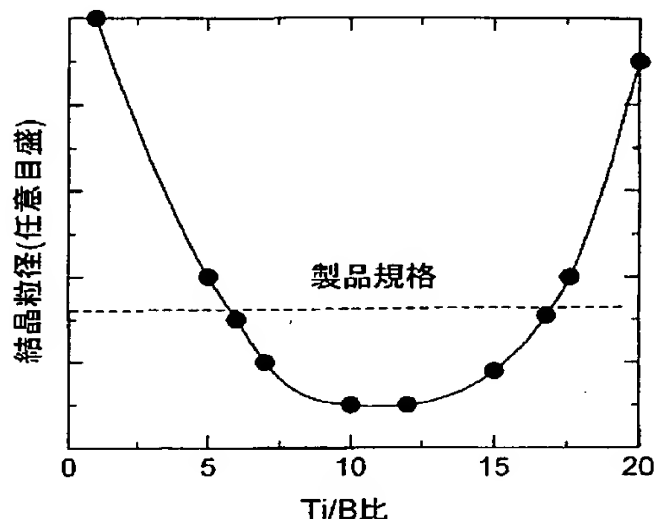
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 Zr含有Al合金の結晶粒を微細化する方法

(57) 【要約】

【課題】 これまで結晶粒微細化剤としてAl-Ti-B合金を用いる方法では結晶粒の微細化が困難とされていたZr含有Al合金に対して、その結晶粒の微細化を図ることのできる方法を提供する。

【解決手段】 Zrを含有するAlまたはAl合金を製造するにあたり、溶湯中にAl-Ti-B合金を添加することにより上記Zr含有Al合金の結晶粒を微細化する方法であって、溶湯中のTi量を30~400ppmに調整すると共に、Ti/B比を6~17に制御する。上記Al-Ti-B合金を添加するにあたってはAl-Ti合金を併用しても良い。尚、AlまたはAl合金の溶湯中におけるZr量は、0.05~1%である場合において特に効果的である。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 Zrを含有するAlまたはAl合金を製造するにあたり、溶湯中にAl-Ti-B合金を添加することにより上記Zr含有Al合金の結晶粒を微細化する方法であって、

溶湯中のTi量を30～400ppmに調整すると共に、

Ti/B比を6～17に制御することを特徴とするZr含有Al合金の結晶粒微細化方法。

【請求項2】 Al-Ti-B合金と共に、Al-Ti合金を添加する請求項1に記載の結晶粒微細化方法。

【請求項3】 AlまたはAl合金の溶湯中におけるZr量が0.05～1質量%である請求項1または2に記載の結晶粒微細化方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、Zrを含有するAlまたはAl合金の結晶粒を微細化する方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】Al及びAl合金は、その軽量性、ファッション性、加工性等に優れるという種々の特徴を有することから各方面で多用されている。但し、AlまたはAl合金の結晶粒が大きい場合には、機械的性質や切削加工性が劣化し、また表面品質に対しても悪影響を及ぼす。従って、AlまたはAl合金を製造するにあたっては、結晶粒を微細化させる添加剤としてAl-Ti-B合金（例えば、特公昭63-255338号等）を溶湯中に添加する方法が知られており、特にAl-5%Ti-1%B合金が汎用されている。

【0003】但し、Zrを含有するAl合金に関しては、上記Al-5%Ti-1%B合金を結晶粒微細化の為に添加しても十分な効果が得られず、Zrを含有しないAl合金程には結晶粒が微細化しないという問題があった。この現象については、軽金属学会発行の研究部会報告書「アルミニウムおよびアルミニウム合金の結晶粒微細化について」（1979）等にも記載されており、Zr自体はAlまたはAl合金に対して微細化効果を発揮するにもかかわらず、Tiと複合添加すると、逆に結晶粒が粗大化してしまうことが示されている。

【0004】ZrをAl合金に含有させることは、耐焼付き性、耐応力腐食割れ性、溶接性等の向上を図る上で非常に効果的であり、今後一層の需要増加も期待されることから、Zrを含有するAlまたはAl合金（以下、Zr含有Al合金と略す）に関する結晶粒の微細化に有効な技術の開発が要望されていた。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記事情に若目してなされたものであって、これまで結晶粒微細化剤としてAl-Ti-B合金を用いる方法では結晶粒の微

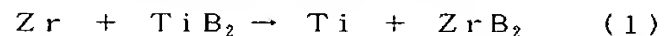
細化が困難とされていたZr含有Al合金に対して、その結晶粒の微細化を図ることのできる方法を提供しようとするものである。

【0006】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決した本発明とは、Zrを含有するAlまたはAl合金を製造するにあたり、溶湯中にAl-Ti-B合金を添加することにより上記Zr含有Al合金の結晶粒を微細化する方法であって、溶湯中のTi量を30～400ppmに調整すると共に、Ti/B比を6～17に制御することを要旨とするものであり、上記Al-Ti-B合金を添加するにあたってはAl-Ti合金を併用しても良い。尚、AlまたはAl合金の溶湯中におけるZr量は、0.05～1%（質量%の意味、以下同じ）である場合において特に効果的である。

【0007】

【発明の実施の形態】Zrを含まないAlまたはAl合金において、Al-Ti-B合金からなる微細化剤を添加すると結晶粒が微細化する理由は、Al-Ti-B合金中に含まれるTiB₂やAl₃Tiが結晶核となり結晶化を促進するからであることが知られている。これに対してZr含有Al合金では、従来汎用されているAl-5%Ti-B合金を添加しても微細化効果が得られなかった。その理由は、下記（1）式の反応によりTiB₂が消滅して結晶粒の核数が減少し微細化効果が失われるからであるとの知見を本発明者らは得た。



【0008】従って、Zrを含有するAl合金の結晶粒を微細化するにあたっては、結晶核としてAl₃Tiを利用することが非常に重要である。但し、Al₃Tiを単独で添加すればよいというものではなく、Bの存在が不可欠である。これまでの技術では、Al-Ti-B合金のTi量及びB量が夫々独立して設定されていたが、Zr含有Al合金では、Ti及びBの相対的な値であるTi/B比を制御してはじめて結晶粒の微細化が達成できることを見出した。即ち、Ti/B比を6以上17以下に制御することによって、Zr含有Al合金の上記反応を抑えて結晶粒の微細化が可能であることを突き止め、本発明に想到したものである。図1は、Zrを0.14%含有する6000系Al合金の溶湯中に添加するTi及びBのTi/B比を種々変化させることによって、溶湯中のTi/B比が結晶粒径に与える影響を調べた結果である。他のAl合金（1000～7000系）についても図1と同様の結果が得られたので、本発明ではTi/B比を6以上17以下に設定した。尚、Ti/B比が7～15であると好ましく、10～12であるとより好ましい。

【0009】図2はZrを0.14%含有する6000系Al合金の溶湯中に添加したTi量と、結晶粒径の関係を調べたグラフである。溶湯中のTi含有量は、少な

くとも30ppmが結晶粒の微細化に必要であることが分かる。また50ppm以上であると好ましく、100ppm以上であるとより好ましい。一方、Ti含有量が多過ぎると、圧延時における割れが発生する原因となるので、400ppm以下にする必要があり、300ppmであれば好ましい。

【0010】前述の通り、AlまたはAl合金にZrを含有させることにより、耐焼付き性、耐応力腐食割れ性、溶接性の向上を図ることができるが、Zr添加による上記効果を発揮させるには0.05%以上必要であるので、Zr含有量の下限は0.05%とすることが望ましい。但し、Zr含有量が多過ぎると結晶粒の微細化効果が減少する。図3はAl合金（Al1000系）を用いてTi/B比とZr濃度を变化させることにより結晶粒径を調べたグラフである。図3よりZr濃度を1%以下にすることが推奨される。また、0.8%以下であるとより好ましい。

【0011】尚、本発明方法ではAl-Ti-B合金を結晶粒微細化剤として単独で添加してもよいが、その場合にはAl-Ti-B合金のTi/B比が6~17の範囲を満足するAl-Ti-B合金を用いることが必要である。また、Ti/B比が小さ過ぎるAl-Ti-B合金を微細化剤として用いる場合、例えばZrを含まないAl合金の結晶粒微細化に汎用されているAl-5%Ti-1%B合金を用いる場合には、Al-Ti合金を併用することによって、溶湯中のTi/B比が6~17の範囲になる様にすれば、Zr含有Al合金の結晶粒微細化が可能である。

	結晶粒微細化剤	Ti/B比	平均結晶粒径 (mm)
本発明例1	Al-5Ti-1B 及び Al-5Ti	10.0	0.4~0.6
従来例1	Al-5Ti-1B	5.0	0.8~2.0

【0016】本発明例では、従来例に比べて結晶粒の微細化が図られていることが明らかである。

【0017】実施例2

溶解原料として、JIS6000系（Zr：0.15%）Al合金を用い、結晶粒微細化剤として、Al-5%Ti-0.3%B合金ワイヤ（φ10mm）を用いたこ

	結晶粒微細化剤	Ti/B比	平均結晶粒径 (mm)
本発明例2	Al-5Ti-0.3B	16.7	0.3~0.8
従来例2	Al-5Ti-1B	5.0	0.6~2.8

【0019】本発明例では、従来例に比べて結晶粒の微細化が図られていることが分かる。

【0020】実施例3

【0012】更に、本発明は、Al合金の種類によって限定されるものではなく、Zrを含有するAlまたはAl合金であれば、JIS規格A1000~7000系Al合金のいずれに対しても適用できる。

【0013】以下、本発明を実施例によって更に詳細に説明するが、下記実施例は本発明を限定する性質のものではなく、前・後記の主旨に徴して設計変更することはいずれも本発明の技術的範囲に含まれるものである。

【0014】

【実施例】

実施例1

下記条件により、Zr含有Al合金を溶解して鋳造し、鋳造組織の平均粒径を測定した。尚、従来例の場合には、結晶粒微細化剤として汎用されているAl-5%Ti-1%B合金ワイヤを用いてTi量で0.01%添加した（Ti/B比は5.0）。一方本発明例では、上記Al-5%Ti-1%B合金ワイヤと共に、Al-5%Ti合金を用いて、Ti量で0.01%添加し、溶湯中のTi/B比を10.0に調整した。結果は表1に示す。

溶解原料：JIS7000系合金（Zr：0.1%）

溶解炉：重油だき10t反射炉（大気雰囲気）

精錬方法：N₂ガスによるKC1系フラックス吹込み（溶湯量に対して0.1%）

鋳造条件：300φビレットを半連続鋳造により4本取り

【0015】

【表1】

と以外は、本発明例1と同様にして、本発明例2を作製した。従来例2はAl-5%Ti-1%B合金ワイヤを用いて作製した。夫々の平均結晶粒径を表2に示す。

【0018】

【表2】

Zr濃度を0~1.5%の範囲で種々変化させたJIS6000系Al合金を用いて、本発明例の結晶粒微細化剤としてはAl-5%Ti-0.5%B合金ワイヤ（φ1

0mm)を用い、従来例としてはAl-5%Ti-1%B合金ワイヤを用いて鋳造を行い、結晶粒径を測定した。結果は図4に示す。図4のグラフから、本発明の微細化効果が従来例と比較して格段の差があり、まらZr濃度が1%以下の場合に特に効果的であることが分かる。

【0021】

【発明の効果】本発明は以上の様に構成されており、これまでは結晶粒の微細化が困難とされていたZr含有Al合金に対して、その結晶粒を微細化する方法の提供が可能となった。

【図面の簡単な説明】

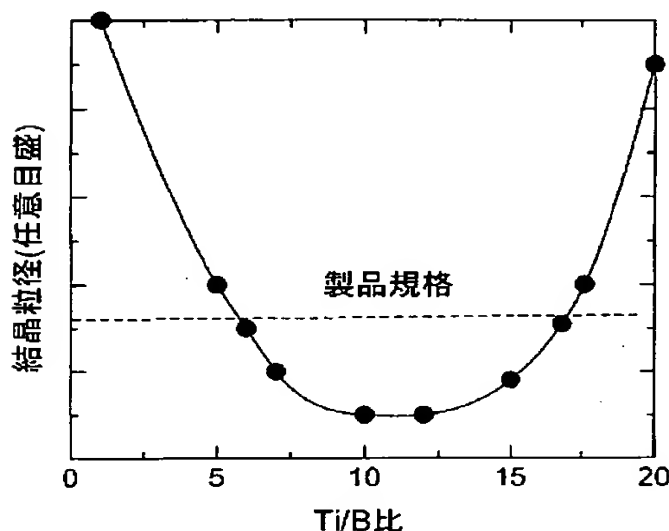
【図1】 Al合金のTi/B比が、結晶粒の微細化に与える影響を示すグラフである。

【図2】 Zr含有Al合金において、Ti含有量が結晶粒の微細化に与える影響を示すグラフである。

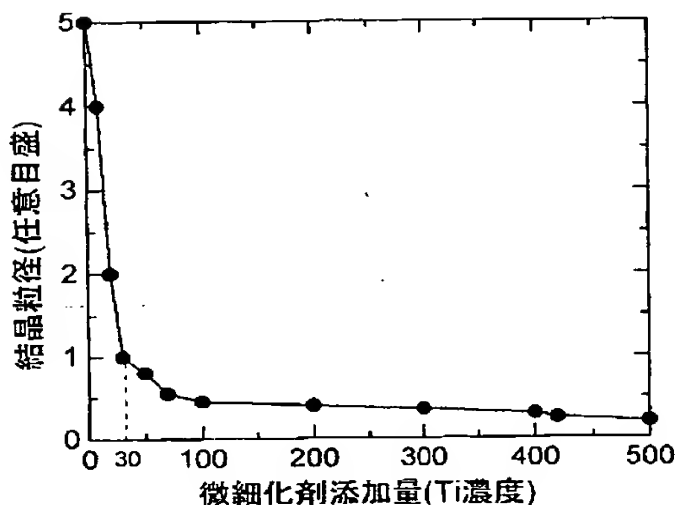
【図3】 Al合金のZr含有量とTi/B比が、結晶粒の微細化に与える影響を示すグラフである。

【図4】 Al合金のZr含有量を変化させた上で、本発明例と従来例が結晶粒の微細化に与える効果の違いを示すグラフである。

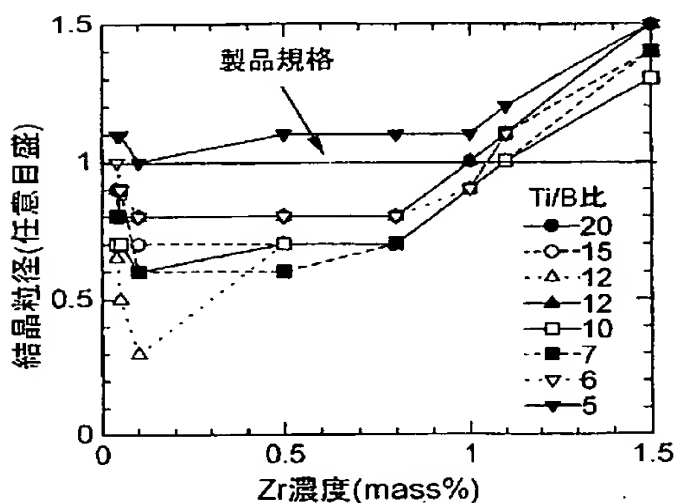
【図1】



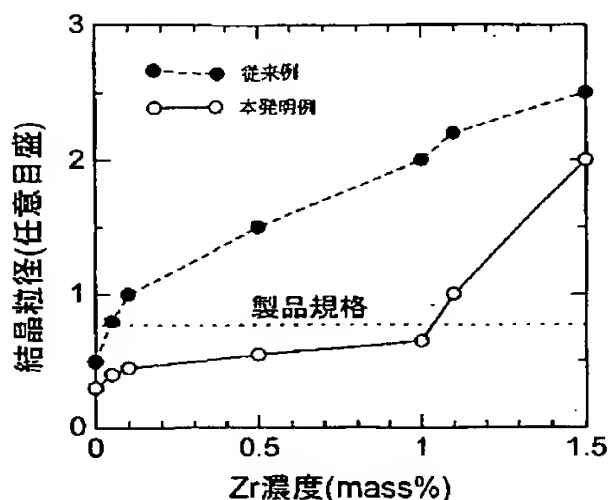
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

(72)発明者 増田 隆平
兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5番5号
株式会社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内

(72)発明者 益田 穰司
山口県下関市長府港町14番1号 株式会社
神戸製鋼所長府製造所内

(72)発明者 新井 基浩
兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5番5号
株式会社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内

(72)発明者 小島 良平
兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5番5号
株式会社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内

(72)発明者 藤田 由史
兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5番5号
株式会社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内

(72)発明者 伊東 幸一
兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5番5号
株式会社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内

THIS PAGE BLANK (USPTO)